

**PCT**WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> :</b> <b>C07C 219/06, 219/14, 235/10, C11D 1/62, A61K 7/50</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 96/35661</b>  <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 14. November 1996 (14.11.96)
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP96/01826 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 2. Mai 1996 (02.05.96)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 195 17 046.6      10. Mai 1995 (10.05.95)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; D-40191 Düsseldorf (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> PI SUBIRANA, Rafael [ES/ES]; Roger de Flor, 10, 8 <sup>a</sup> -2 <sup>a</sup> , E-08400 Granollers (ES). BONASTRE, Nuria [ES/ES]; Galicia, 9, E-080210 Barberà del Vallès (ES). BIGORRA LLOSAS, Joaquim [ES/ES]; Calassanc Duran, 41, esc. E, 4 <sup>a</sup> -1 <sup>a</sup> , E-08203 Sabadell (ES). FABRY, Bernd [DE/DE]; Danziger Strasse 31, D-41352 Korschenbroich (DE).	<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>	
<b>(54) Title: SURFACTANTS CONTAINING QUATERNARY-NITROGEN GROUPS</b>  <b>(54) Bezeichnung: TENSIDE MIT QUARTÄRER STICKSTOFFGRUPPE</b>  <b>(57) Abstract</b>  Proposed are surfactants containing quaternary-nitrogen groups obtained by a) first esterifying aliphatic or aromatic, optionally hydroxy-substituted, di- and/or tricarboxylic acids with an amount of an aliphatic alcohol such that a partial ester results which still contains on average at least one free hydroxyl group, b) esterifying or amidating with alkanolamines or polyamines and c) quaternizing the resulting full ester or ester amide with alkylation agents using prior art methods.  <b>(57) Zusammenfassung</b>  Es werden neue Tenside mit quartärer Stickstoffgruppe vorgeschlagen, die man erhält, indem man aliphatische oder aromatische, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Di- und/oder Tricarbonsäuren (a) zunächst mit einer solchen Menge eines aliphatischen Alkohols verestert, daß ein Partialester resultiert, der im Mittel noch mindestens eine freie Hydroxylgruppe besitzt, (b) den resultierenden Partialester mit Alkanolaminen oder Polyaminen verestert bzw. amidiert, und (c) den resultierenden Vollester bzw. das Esteramid in an sich bekannter Weise mit Alkylierungsmitteln quaterniert.		

# **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Georgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LU	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LV	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	MC	Monaco	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MD	Republik Moldau	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MG	Madagaskar	UA	Ukraine
EE	Estland	ML	Mali	UG	Uganda
ES	Spanien	MN	Mongolei	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MR	Mauretanien	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MW	Malawi	VN	Vietnam
GA	Gabon				

## Tenside mit quartärer Stickstoffgruppe

---

### Gebiet der Erfindung

Gegenstand der Erfindung sind neue kationische bzw. amphotere Tenside, die man erhält, indem man mehrwertige Carbonsäuren mit Alkoholen und Aminverbindungen kondensiert und anschließend quaterniert, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung zur Herstellung oberflächenaktiver Mittel.

### Stand der Technik

Tenside mit Stickstoffgruppen im Molekül können kationischer oder amphoterer bzw. zwitterionischer Natur sein. Kationentenside zeigen in Abhängigkeit von der Molekülstruktur gegenüber Textilien und Keratinfasern avivierende Eigenschaften, amphotere Tenside verfügen in der Regel über ein gutes Schaum- und Reinigungsvermögen.

Der Einsatz insbesondere von Stickstofftensiden mit Esterstruktur, sogenannter Esterquats, im Bereich der Textil- und Haaravivage sowie in kosmetischen Produkten ist bekannt. Übersichten hierzu finden sich beispielsweise von O.Ponsati in C.R. 23.CED-Kongress, Barcelona, S.167 (1992) und R.Puchta

...

in C.R. 24.CED-Kongress, Sitges, S.59 (1993). Stellvertretend für den umfangreichen druckschriftlichen Stand der Technik sei auf die Deutschen Patentanmeldungen DE-A1 4138630, DE-A1 4305726 und DE-A 4309567 (Henkel) sowie die Europäischen Patentanmeldungen EP-A 0367939 (Wella), EP-A 0507003 (Rewo) und EP-A 0636356 (Stepan) verwiesen. Die in den genannten Druckschriften offenbarten Stickstofftenside weisen zwar gute anwendungstechnische und ökotoxikologische Eigenschaften auf, im Markt besteht jedoch ein Bedürfnis nach überlegenen Verbindungen.

Demzufolge hat die Aufgabe der Erfindung nun darin bestanden, neue stickstoffhaltige Tenside zur Verfügung zu stellen, die über verbesserte avivierende und antistatische Eigenschaften, ein gutes Schaum- und Reinigungsvermögen sowie eine gegenüber Produkten des Stands der Technik verbesserte ökotoxikologische Verträglichkeit verfügen.

#### Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung sind Tenside mit quartärer Stickstoffgruppe, die man dadurch erhält, daß man aliphatische oder aromatische, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Di- und/oder Tricarbonsäuren

- (a) zunächst mit einer solchen Menge eines aliphatischen Alkohols der Formel (I) verestert,



(I)

...

3

in der  $R^1$  für einen aliphatischen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen steht, daß ein Partialester resultiert, der im Mittel noch mindestens eine freie Carboxylgruppe besitzt,

- (b) den resultierenden Partialester mit Alkanolaminen oder Polyaminen der Formel (II) verestert bzw. amidiert,



in der  $R^2$  für eine Hydroxyl- oder eine gegebenenfalls  $C_1$ - $C_4$ -alkylsubstituierte Aminogruppe,  $R^3$  für  $R^2$  oder einen Acylrest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^4$  für Wasserstoff oder  $R^2$  und X, Y und Z unabhängig voneinander für lineare oder verzweigte, gegebenenfalls hydroxy-substituierte Alkylengruppen mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, und

- (c) den resultierenden Vollester bzw. das Esteramid in an sich bekannter Weise mit Alkylierungsmitteln quaterniert.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß die neuen Tenside über ein ausgezeichnetes Reinigungsvermögen verfügen, leicht wasserlöslich sind, Textil- und Keratinfasern einen angenehmen Weichgriff verleihen, die statische Aufladung zwischen den Fasern herabsetzen und zudem eine gute Ökotoxikologische Verträglichkeit besitzen.

...

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Tensiden mit quartärer Stickstoffgruppe, bei dem man aliphatische oder aromatische, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Di- und/oder Tricarbonsäuren

- (a) zunächst mit einer solchen Menge eines aliphatischen Alkohols der Formel (I) verestert,



in der  $R^1$  für einen aliphatischen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen steht, daß ein Partialester resultiert, der im Mittel noch mindestens eine freie Hydroxylgruppe besitzt,

- (b) den resultierenden Partialester mit Alkanolaminen oder Polyaminen der Formel (II) verestert bzw. amidiert,



in der  $R^2$  für eine Hydroxyl- oder eine gegebenenfalls  $C_1$ - $C_4$ -alkylsubstituierte Aminogruppe,  $R^3$  für  $R^2$  oder einen Acylrest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^4$  für Wasserstoff oder  $R^2$  und X, Y und Z unabhängig voneinander für lineare oder verzweigte, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Alkylengruppen mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, und

...

- (c) den resultierenden Vollester bzw. das Esteramid in an sich bekannter Weise mit Alkylierungsmitteln quaterniert.

#### Di- und Tricarbonsäuren

Als Ausgangsstoffe für die Herstellung der neuen Tenside kommen beispielsweise aliphatische Dicarbonsäuren mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen in Betracht. Hierzu zählen z.B. Oxalsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure, Adipinsäure und 1,12-Dodecandisäure. Weiterhin können auch aliphatische Hydroxydi- bzw. Hydroxytricarbonsäuren mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen eingesetzt werden. Beispiele hierfür sind Weinsäure und insbesondere Citronensäure. Schließlich kommen auch aromatische Di- bzw. Tricarbonsäuren mit 8 bis 9 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Phthalsäure oder Phthalsäureanhydrid sowie Camphersäure in Frage.

#### Primäre Alkohole

Als primäre Alkohole kommen beispielsweise Methanol, Ethanol, die isomeren Propanole und Butanole sowie Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol und Erucylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z.B. bei der Hochdruckhydrierung

...

6

von technischen Methylestern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese sowie als Monomerfraktion bei der Dimerisierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen, in Frage. Aus anwendungstechnischen Gründen ist der Einsatz von technischen Fettalkoholen mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Kokos-, Palm-, Palmkern- oder Talgfettalkohol bevorzugt.

#### Alkanolamine und Polyamine

Geeignete Alkanolamine sind beispielsweise Ethanolamin, Diethanolamin und insbesondere Triethanolamin. Es können ferner auch die Mono- und Diester von Diethanolamin mit Fettsäuren mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen eingesetzt werden. Ein typisches Beispiel hierfür ist der Dipalmfettsäureester des Triethanolamins. Werden in der zweiten Reaktionsstufe langkettige Alkanolaminester eingesetzt, kann die partielle Veresterung in der ersten Stufe vorzugsweise mit kurzkettigen Alkoholen durchgeführt werden. Typische Beispiele für geeignete Polyamine sind Diethylentriamin und Diaminopropylamin.

#### Veresterung und Amidierung

In der ersten der drei Reaktionsstufen wird die mehrwertige Carbonsäure mit einem Alkohol partiell verestert. Ziel ist es, die Funktionalität soweit zu erniedrigen, daß für die nachfolgende Umsetzung mit der Aminverbindung nur noch eine Carboxylfunktion zur Verfügung steht. Besitzt die mehrwertige Carbonsäure also 2 Carboxylgruppen, liegt das molare Einsatz-

...



7

verhältnis zwischen Säure und Alkohol bei 1 : 0,95 bis 1 : 1,1; handelt es sich um eine Tricarbonsäure wird man ein molares Verhältnis von 1 : 1,95 bis 1 : 2,1 wählen. Vorzugsweise werden in die Veresterung primäre, langkettige Alkohole eingesetzt, da für die Tensidwirkung mindestens ein Fettrest von Vorteil ist. Wird die hydrophobe Gruppe jedoch über das Amin, beispielsweise über einen Triethanolaminfettsäurepartialester eingeführt, können an dieser Stelle auch kurzkettige Alkohole, vorzugsweise Butanol eingesetzt werden. Die Veresterung wird in an sich bekannter Weise durchgeführt. Üblicherweise kommen als saure Katalysatoren p-Toluolsulfonsäure, Methansulfonsäure und dergleichen oder aber Zinnschliff in Frage. Als Co-Katalysatoren werden üblicherweise Hypophosphorsäure oder deren Salze eingesetzt, die zu einer Farbstabilisierung beitragen. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Veresterung bei Temperaturen im Bereich von 160 bis 200°C oder aber unter vermindertem Druck von etwa 10 bis 50 mbar bei 30 bis 70°C durchzuführen. Wie bei jeder Veresterung ist es von Vorteil, das Reaktionswasser aus dem Reaktionsgleichgewicht abzudestillieren. Der Reaktionsfortgang kann über die Säurezahl verfolgt werden, d.h. sobald die berechnete Säurezahl erreicht ist, wird die Reaktion abgebrochen.

Obschon es grundsätzlich möglich ist, die Veresterung und die Umsetzung mit der Aminverbindung gleichzeitig durchzuführen, hat sich das zweistufige Verfahren im Hinblick auf den geringeren Anteil an Polymeren als vorteilhafter erwiesen. Sinn dieses Schrittes ist es, eine Aminfunktion in das Molekül einzuführen, die im letzten Schritt quaterniert werden kann. Als Aminverbindungen kommen Alkanolamine oder Polyamine in

...

Frage. Im ersten Fall kommt es zu einer Veresterung, im zweiten zu einer Amidierung der noch zur Verfügung stehenden Carboxylgruppe. Üblicherweise werden der im ersten Schritt hergestellte Partialester und die Aminverbindung im molaren Verhältnis 1 : 0,95 bis 1 : 1,1 eingesetzt. Dies kann sehr einfach erfolgen, indem man nach Bildung des Partialesters die Aminverbindung portionsweise zudosiert und in Gegenwart des gleichen Katalysators und unter Beibehaltung der Reaktionsbedingungen umsetzt.

#### Quaternierung

Die Quaternierung hat das Ziel, den in den ersten beiden Schritten gebildeten Ester bzw. das Esteramid entweder in ein kationisches oder amphoterer Tensid zu überführen. Als Alkylierungsmittel kommen dabei Alkylhalogenide, Dialkylsulfate, Dialkylphosphate, Dialkylcarbonate sowie Halogencarbonsäuren und deren Salze in Frage. Besonders bevorzugt ist die Verwendung von Methylchlorid, Dimethylsulfat oder Natriumchloracetat.

Die Quaternierung kann in an sich bekannter Weise durchgeführt werden. Hierzu wird der Ester bzw. das Esteramid vorgelegt und mit dem Alkylierungsmittel - das man üblicherweise in äquimolaren Mengen oder leichtem Unterschub einsetzt - bei erhöhten Temperaturen gerührt. Nach Abschluß der Reaktion kann nichtumgesetztes Alkylierungsmittel durch Zugabe einer geringen Menge Aminosäure, vorzugsweise Glycin, zerstört werden. Falls gewünscht, kann die Reaktion in Lösungsmitteln, wie beispielsweise Wasser, Ethanol, Isopropylalkohol sowie in

...

Gegenwart von Dispergatoren und/oder Emulgatoren wie z.B. Fettalkoholen, anionischen Tensiden, nichtionischen Tensiden (Alkylpolyglucosiden, ethoxylierte Fettalkohole etc.), Polymeren und dergleichen durchgeführt werden.

### Gewerbliche Anwendbarkeit

Die neuen Tenside weisen ein gutes Reinigungs- und Avivagevermögen sowie eine vorteilhafte ökotoxikologische Verträglichkeit auf. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft daher ihre Verwendung zur Herstellung von Wasch-, Spül- und Reinigungsmitteln sowie kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen, in denen sie in Mengen von 1 bis 50, vorzugsweise 2 bis 35 Gew.-% - bezogen auf die Mittel - enthalten sein können.

### Wasch-, Spül- und Reinigungsmittel

Erfindungsgemäße Tenside mit Betainstruktur eignen sich insbesondere für die Herstellung von Handgeschirrspül- und Universalreinigungsmitteln, während kationische Species vorzugsweise im Bereich der Wäschennachbehandlung Anwendung finden können. In diesem Zusammenhang können sie zusammen mit anderen üblichen Hilfs- und Zusatzstoffen, wie z.B. kationischen Co-Tensiden, schmutzabweisenden Polymeren, Lösungsvermittlern, Buildern, Elektrolytsalzen und dergleichen versetzt werden.

...

Kosmetische und pharmazeutische Zubereitungen

Ferner können sowohl die erfindungsgemäßen kationischen als auch die ampholytischen Tenside zur Herstellung von Haarbehandlungs- und Körperreinigungsmitteln wie beispielsweise Shampoos, Duschgele, Schaumbäder, Haarkuren, Konditioniermittel und dergleichen eingesetzt werden. Diese Mittel können weitere, mit den neuen Stoffen kompatible Tenside enthalten. Typische Beispiele sind Fettalkoholpolyglycoethersulfate, Monoglyceridsulfate, Mono- und/oder Dialkylsulfosuccinate, Fettsäureisethionate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuretauride, Ethercarbonsäuren, Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside, Alkylamidobetaine oder Eiweißfettsäurekondensate.

Als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe können zudem Emulgatoren, Überfettungsmittel, Verdickungsmittel, Kationpolymere, Siliconverbindungen, biogene Wirkstoffe, Filmbildner, Konservierungsmittel, Farb- und Duftstoffe enthalten sein.

Als Emulgatoren kommen sowohl bekannte W/O- als auch O/W-Emulgatoren wie beispielsweise gehärtetes und ethoxyliertes Ricinusöl, Polyglycerinfettsäureester oder Polyglycerinpolyricinoleate in Frage.

Als Überfettungsmittel können Substanzen wie beispielsweise polyethoxylierte Lanolinderivate, Lecithinderivate, Polyolfettsäureester, Monoglyceride und Fettsäurealkanamide verwendet werden, wobei die letzteren gleichzeitig als Schaumstabilisatoren dienen.

Geeignete Verdickungsmittel sind beispielsweise Polysaccharide, insbesondere Xanthan-Gum, Guar-Guar, Agar-Agar, Alginate und Tylosen, Carboxymethylcellulose und Hydroxyethylcellulose, ferner höhermolekulare Polyethylenglycolmono- und -diester von Fettsäuren, Polyacrylate, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon, Tenside wie beispielsweise Fettalkohol-ethoxylate mit eingengter Homologenverteilung oder Alkyloligoglucoside sowie Elektrolyte wie Kochsalz und Ammoniumchlorid.

Geeignete kationische Polymere sind beispielsweise kationischen Cellulosederivate, kationischen Stärke, Copolymere von Diallylammoniumsalzen und Acrylamiden, quaternierte Vinylpyrrolidon Vinylimidazol-Polymere wie z.B. LUVICUAT (BASF AG, Ludwigshafen/FRG), Kondensationsprodukte von Polyglycolen und Aminen, quaternierte Kollagenpolypeptide wie beispielsweise Lauryldimonium hydroxypropyl hydrolyzed collagen (Lamequat(R) L, Grünau GmbH), Polyethylenimin, kationische Siliconpolymere wie z.B. Amidomethicone oder DOW CORNING 929, Dow Corning Co./US, Copolymere der Adipinsäure und Dimethylamino-hydroxypropyldiethylentrimamin (CARTARETINE(R), Sandoz/CH), Polyaminopolyamide wie z.B. beschrieben in der FR-A 2252840 sowie deren vernetzte wasserlöslichen Polymere, kationische Chitinderivate wie beispielsweise quaterniertes Chitosan, gegebenenfalls mikrokristallin verteilt, kationischer Guar-Gum wie z.B. JAGUAR(R) C-B-S, JAGUAR(R) C-17, JAGUAR(R) C-16 der Celanese/US, quaternierte Ammoniumsalz-Polymere wie z.B. MIRAPOL(R) A-15, MIRAPOL(R) AD-1, MIRAPOL(R) AZ-1 der Miranol/US.

...

12.

Geeignete Siliconverbindungen sind beispielsweise Dimethylpolysiloxane, Methylphenylpolysiloxane, cyclische Silicone sowie Amino-, Fettsäure-, Alkohol-, Polyether-, Epoxy-, Fluor- und/oder Alkyl-modifizierte Siliconverbindungen.

Unter biogenen Wirkstoffen sind beispielsweise Pflanzenextrakte und Vitaminkomplexe zu verstehen.

Gebräuchliche Filmbildner sind beispielsweise Chitosan, mikrokristallines Chitosan, quaterniertes Chitosan, Polyvinylpyrrolidon, Vinylpyrrolidon-Vinyl-acetat-Copolymerisate, Polymere der Acrylsäurereihe, quaternäre Cellulose-Derivate, Kollagen, Hyaluronsäure bzw. deren Salze und ähnliche Verbindungen.

Als Konservierungsmittel eignen sich beispielsweise Phenoxyethanol, Formaldehydlösung, Parabene, Pentandiol oder Sorbinsäure.

Als Perlglanzmittel kommen beispielsweise Glycoldistearinsäureester wie Ethylenglycoldistearat, aber auch Fettsäuremonoglycolester in Betracht.

Als Farbstoffe können die für kosmetische Zwecke geeigneten und zugelassenen Substanzen verwendet werden, wie sie beispielsweise in der Publikation "Kosmetische Färbemittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, veröffentlicht im Verlag Chemie, Weinheim, 1984, S.81-106 zusammengestellt sind. Diese Farbstoffe werden üblicherweise in Konzentrationen von 0,001 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Mischung, eingesetzt.

...

13

Der Gesamtanteil der Hilfs- und Zusatzstoffe kann 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.-% - bezogen auf die Mittel - betragen.

...

### Beispiele

#### Beispiel 1:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 588 g (2,29 mol) eines technischen C<sub>16/18</sub>-Talgfettalkohols vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 240 g (1,14 mol) Citronensäure-Monohydrat, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 171 g (1,14 mol) Triethanolamin zugetropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 310 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esters wurden in eine Rührapparatur überführt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 29,1 g (0,23 mol) Dimethylsulfat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Der quaternierte Citronensäureester wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.



Beispiel 2:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 588 g (2,29 mol) eines technischen C<sub>16/18</sub>-Palmfettalkohols vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 240 g (1,14 mol) Citronensäure-Monohydrat, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 117 g (1,14 mol) Diethylentriamin zuge-  
tropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 256 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esteramids wurden in eine Rührapparatur überführt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 29,1 g (0,23 mol) Dimethylsulfat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Das quaternierte Citronensäureesteramid wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.

Beispiel 3:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 588 g (2,29 mol) eines technischen C<sub>16/18</sub>-Talgfettalkohols vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 240 g (1,14 mol) Citronensäure-Monohydrat, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 101 g (1,14 mol) Diaminopropylamin (DAPA) zugetropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 310 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esteramids wurden in eine Rührapparatur überführt, mit 200 ml Wasser verdünnt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 27 g (0,23 mol) einer wäßrigen Lösung von Natriumchloracetat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Der betainisierte Citronensäureester wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.

Beispiel 4:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 169 g (2,29 mol) n-Butanol vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 240 g (1,14 mol) Citronensäure-Monohydrat, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 745 g (1,14 mol) Ditalgfettsäuretriethanolaminester zugetropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 297 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esters wurden in eine Rührapparatur überführt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 29,1 g (0,23 mol) Dimethylsulfat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Der quaternierte Citronensäureester wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.

Beispiel 5:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 293 g (1,14 mol) eines technischen C<sub>16/18</sub>-Talgfettalkohols vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 262 g (1,14 mol) Dodecandisäure, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 171 g (1,14 mol) Triethanolamin zugetropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 186 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esters wurden in eine Rührapparatur überführt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 29,1 g (0,23 mol) Dimethylsulfat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Der quaternierte Dodecandisäureester wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.

....

109

Beispiel 6:

**Veresterung.** In einer 1-l-Rührapparatur mit Tropftrichter und Anschluß an eine Vakuumpumpe wurden 293 g (1,14 mol) eines technischen C<sub>16/18</sub>-Talgfettalkohols vorgelegt, auf 60°C erhitzt und mit 134 g (1,14 mol) Phthalsäureanhydrid, 1 g 50 Gew.-%iger Hypophosphorsäure und 1 g 70 Gew.-%iger Methansulfonsäure versetzt. Bei einem verminderten Druck von 35 mbar wurde die Mischung auf 160°C erhitzt, wobei der Reaktionsfortgang über die Säurezahl kontrolliert wurde. Nachdem die Säurezahl der Mischung unter einen Wert von 84 mg KOH/g abgesunken war, wurde das Vakuum bis auf etwa 180 mbar zurückgenommen und 171 g (1,14 mol) Triethanolamin zugetropft. Anschließend wurde das Vakuum schrittweise bis auf etwa 4 mbar abgesenkt und die Reaktionsmischung gerührt, bis die Säurezahl auf einen Wert unterhalb von 10 mg KOH/g abgesunken war.

**Quaternierung.** 151 g (0,27 mol) des zuvor hergestellten Esters wurden in eine Rührapparatur überführt, auf 60°C erhitzt und portionsweise mit 29,1 g (0,23 mol) Dimethylsulfat versetzt, so daß die Temperatur nicht über 60°C anstieg. Nach Beendigung der Zugabe wurde die Mischung weitere 3 h bei 60 bis 65°C gerührt. Der quaternierte Phthalsäureester wurde in praktisch quantitativer Ausbeute als ein leicht gelblicher Feststoff erhalten.

...

## II. Anwendungstechnische Beispiele

### 1. Haarspülung

Emulgade(R) PL 1618 .....	4,0 Gew.-%
Nutrilan(R) Keratin W .....	2,3 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	1,0 Gew.-%
Lameform(R) TGI .....	1,0 Gew.-%
Cetiol(R) v .....	1,0 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

### 2. Haarspülung

Lanette(R) O .....	2,5 Gew.-%
Kationtensid Bsp.2 .....	1,0 Gew.-%
Cetiol(R) OE .....	1,0 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	0,8 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

### 3. Haarspülung

Lanette(R) O .....	2,5 Gew.-%
Kationtensid Bsp.4 .....	1,0 Gew.-%
Eutanol(R) G .....	1,0 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	0,8 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

**4. Haarspülung**

Lanette(R) O .....	2,5 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.5 .....	1,0 Gew.-%
Lameform(R) TGI .....	1,0 Gew.-%
Cetiol(R) V .....	1,0 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	0,8 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

**5. Leave-on hair rinse**

Sepigel(R) 305 .....	3,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.6 .....	0,8 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	0,5 Gew.-%
Cetiol(R) J 600 .....	0,5 Gew.-%
Copherol(R) 1250 .....	0,2 Gew.-%
Ethanol .....	10,0 Gew.-%
Glycerin, 86 Gew.-%ig .....	5,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

**6. Haarkur**

Lanette(R) O .....	3,0 Gew.-%
Generol(R) 122 .....	1,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	1,0 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	0,8 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%
Wasser .....	ad 100

...

## 7. Haarkur

Lanette(R) O .....	2,5 Gew.-%
Kationtensid Bsp.2 .....	1,5 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	1,0 Gew.-%
Generol(R) 122 .....	1,0 Gew.-%
Eutanol(R) G .....	1,0 Gew.-%
Cutina(R) MD .....	0,5 Gew.-%

## 8. Duschbad

Texapon(R) K 14 S spez. ....	38,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	7,0 Gew.-%
Lamesoft(R) LMG .....	3,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	3,0 Gew.-%
Amphotensid Bsp.3 .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 9. Duschbad

Texapon(R) NSO .....	38,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	7,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 3000-AM .....	3,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	3,0 Gew.-%
Lamesoft(R) LMG .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.4 .....	0,5 Gew.-%
NaCl .....	1,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100



## 10. Duschgel

Texapon(R) NSO .....	25,0 Gew.-%
Texapon(R) SB3 .....	10,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	10,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	6,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 3000-AM .....	5,0 Gew.-%
Lamesoft(R) LMG .....	4,0 Gew.-%
Antil(R) 141 L .....	1,5 Gew.-%
Cetiol(R) HE .....	1,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	1,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.5 .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 11. Waschlotion

Plantaren(R) PS 10 .....	16,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 900 .....	5,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.6 .....	0,5 Gew.-%
NaCl .....	1,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 12. Duschbad "Two-in-One"

Texapon(R) NSO .....	20,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	20,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	5,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	1,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	1,0 Gew.-%
Euperlan(R) PH 3000-AM .....	5,0 Gew.-%
Lytron(R) 631 .....	2,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	0,6 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

...

## 13. Duschbad "Two-in-One"

Texapon(R) NSO .....	20,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	20,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	5,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	1,5 Gew.-%
Euperlan(R) PH 3000-AM .....	3,0 Gew.-%
Cetiol(R) HE .....	0,2 Gew.-%
Lytron(R) 631 .....	1,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	0,6 Gew.-%
Glycerin, 86 Gew.-%ig .....	5,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 14. Duschbad "Two-in-One"

Texapon(R) ASV 70 spez. ....	12,4 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	4,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.2 .....	4,0 Gew.-%
Euperlan(R) PH 3000-AM .....	4,0 Gew.-%
Panthenol USP .....	1,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 15. Duschbad &amp; Emulsion "Two-in-One"

Plantaren(R) PS 10 .....	40,0 Gew.-%
Eumulgin(R) B2 .....	1,0 Gew.-%
Eutanol(R) G .....	3,0 Gew.-%
Lamecreme(R) DGE 18 .....	4,0 Gew.-%
Lytron(R) 631 .....	1,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.2 .....	1,0 Gew.-%
Parfüm .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

...

**16. Shampoo**

Texapon(R) NSO .....	25,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	5,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	8,0 Gew.-%
Amphotensid Bsp.3 .....	3,0 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	1,5 Gew.-%
Eumulgin(R) L .....	1,0 Gew.-%
Parfüm .....	5,0 Gew.-%

**17. Shampoo**

Texapon(R) N 70 .....	11,0 Gew.-%
Texapon(R) SB 3 .....	7,0 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	4,0 Gew.-%
Amphotensid Bsp.3 .....	1,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
NaCl .....	1,6 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

**18. Shampoo**

Plantaren(R) PS 10 .....	16,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.4 .....	2,0 Gew.-%
NaCl .....	2,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

**19. Shampoo**

Plantaren(R) PS 10 .....	17,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.5 .....	2,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 900 .....	3,0 Gew.-%
NaCl .....	2,2 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

...

26

## 20. Shampoo

Texapon(R) N 70 .....	11,0 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	6,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.6 .....	2,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 900 .....	3,0 Gew.-%
NaCl .....	3,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 21. Shampoo

Texapon(R) ALS .....	23,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	4,0 Gew.-%
Dehyton(R) K 50 .....	7,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	2,0 Gew.-%
Lamesoft(R) 156 .....	5,0 Gew.-%
Monomuls 90-L 12 .....	1,0 Gew.-%
NaCl .....	3,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 22. Schaumbad

Plantaren(R) PS 10 .....	22,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	15,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.2 .....	3,0 Gew.-%
Cetiol(R) HE .....	2,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 3000-OK .....	5,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

...

27

## 23. Schaumbad

Texapon(R) NSO .....	30,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	10,0 Gew.-%
Plantaren(R) 1200 .....	10,0 Gew.-%
Lamesoft(R) LMG .....	4,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.4 .....	2,0 Gew.-%
Guadin(R) AGP .....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 24. Schaumbad

Melissenöl .....	5,0 Gew.-%
Eumulgin(R) L .....	15,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	30,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	10,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.5 .....	4,0 Gew.-%
Antil(R) 141 liquid .....	3,8 Gew.-%
Arlypon(R) F .....	1,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

## 25. Schaumbad

Plantaren(R) PS 10 .....	22,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	15,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.6 .....	2,0 Gew.-%
Cetiol(R) HE .....	2,0 Gew.-%
Euperlan(R) PK 3000-OK .....	5,0 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

...

**26. Schaumbadkonzentrat**

Texapon(R) K 14 S 70 spez. ....	25,0 Gew.-%
Plantaren(R) 2000 .....	20,0 Gew.-%
Dehyton(R) K .....	20,0 Gew.-%
Kationtensid Bsp.1 .....	5,0 Gew.-%
Cetiol(R) HE .....	5,0 Gew.-%
Nutrilan(R) I-50 .....	2,0 Gew.-%
Eumulgin(R) HRE 60 .....	5,0 Gew.-%
Citronensäure (50 Gew.-%ig) ....	0,5 Gew.-%
Wasser, Konservierungsmittel ...	ad 100

Tabelle 1

Handelsnamen und CTFA-Bezeichnungen

Handelsname		CTFA-Bezeichnung
Antil	141	Propylene Glycol (and) PEG-55 Propylene Glycol Oleate
Arlypon	F	Laureth-2
Cetiol	J 600	Oleyl Erucate
	OE	Dicapryl Ether
	V	Decyl Oleate
Copherol	1250	Tocopheryl Acetate
Cutina	MD	Glyceryl Stearate

...

29

Tabelle 1

Handelsnamen und CTFA-Bezeichnungen (Forts.)

Handelsname		CTFA-Bezeichnung
Dehyton	K	Cocamidopropyl Betaine
Emulgade	PL 1618	Hexadecyl Polyglucose (and) Hexadecyl Alcohol
Euperlan	PK 900	Triethylene Glycol Distearate (and) Sodium Laureth Sulfate
	PK 3000-AM	Glycol Distearate (and) Laureth-4 (and) Cocoamidopropyl Betaine
	PK 3000-OK	Glycol Distearate (amd) Glycerin (and) Laureth-4 (and) Cocoamidopropyl Betaine
Eumulgin	B2	Ceteareth-20
	L	PPG-2-Ceteareth-9
Eutanol	G	Octyldodecanol
Generol	122	Soya sterol
Lamecreme	DGE 18	Polyglyceryl-2-PEG-4 Copolymer

...

Tabelle 1

Handelsnamen und CTFA-Bezeichnungen (Forts.)

Handelsname		CTFA-Bezeichnung
Lameform	LMG	Glyceryl Laurate (and) Potassium Cocoyl Hydrolyzed Collagen
	TGI	Polyglyceryl-3 Diisostearate
Lamesoft	LMG	Glyceryl Laurate (and) Potassium Cocoyl Hydrolyzed Collagen
Lanette	O	Cetearyl Alcohol
Lytron	631	Sodium Styrene/Acrylates Copol.
Nutrilan	W	Hydrolyzed Keratin
	I-50	Hydrolyzed Collagen
Plantaren	1200	Lauryl Polyglucose
	2000	Decyl Polyglucose
	PS 10	Sodium Laureth Sulfate (and) Lauryl Polyglucose

...



Tabelle 1

Handelsnamen und CTFA-Bezeichnungen (Forts.)

Handelsname		CTFA-Bezeichnung
Texapon	ASV 70	Sodium Laureth Sulfate (and) Sodium Laureth-8 Sulfate (and) Sodium Oleth Sulfate
	NSO	Sodium Laureth Sulfate
	SB 3	Disodium Laurethsulfosuccinate

Patentansprüche

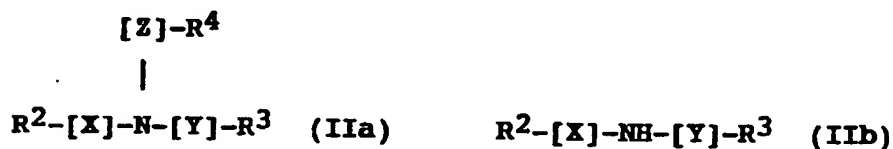
1. Tenside mit quartärer Stickstoffgruppe, dadurch erhältlich, daß man aliphatische oder aromatische, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Di- und/oder Tricarbonsäuren

- (a) zunächst mit einer solchen Menge eines aliphatischen Alkohols der Formel (I) verestert,



in der  $R^1$  für einen aliphatischen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen steht, daß ein Partial-ester resultiert, der im Mittel noch mindestens eine freie Hydroxylgruppe besitzt,

- (b) den resultierenden Partialester mit Alkanolaminen oder Polyaminen der Formel (II) verestert bzw. amidiert,



in der  $R^2$  für eine Hydroxyl- oder eine gegebenenfalls  $C_1$ - $C_4$ -alkylsubstituierte Aminogruppe,  $R^3$  für  $R^2$  oder einen Acylrest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^4$  für Wasserstoff oder  $R^2$  und X, Y und Z unabhängig voneinander für lineare oder verzweigte,

...

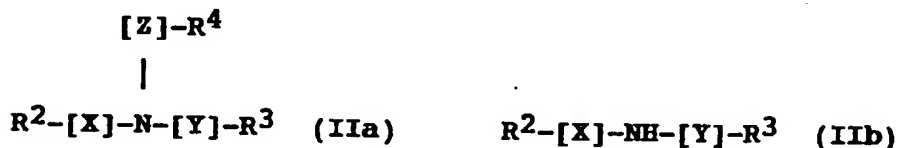
gegebenenfalls hydroxysubstituierte Alkylengruppen mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, und

- (c) den resultierenden Vollester bzw. das Esteramid in an sich bekannter Weise mit Alkylierungsmitteln quaterniert.
2. Verfahren zur Herstellung von Tensiden mit quartärer Stickstoffgruppe, bei dem man aliphatische oder aromatische, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Di- und/oder Tricarbonsäuren
- (a) zunächst mit einer solchen Menge eines aliphatischen Alkohols der Formel (I) verestert,



in der  $R^1$  für einen aliphatischen Alkylrest mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen steht, daß ein Partial-ester resultiert, der im Mittel noch mindestens eine freie Hydroxylgruppe besitzt,

- (b) den resultierenden Partialester mit Alkanolaminen oder Polyaminen der Formel (II) verestert bzw. amidiert,



...

in der  $R^2$  für eine Hydroxyl- oder eine gegebenenfalls  $C_1$ - $C_4$ -alkylsubstituierte Aminogruppe,  $R^3$  für  $R^2$  oder einen Acylrest mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^4$  für Wasserstoff oder  $R^2$  und X, Y und Z unabhängig voneinander für lineare oder verzweigte, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Alkylengruppen mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen stehen, und

- (c) den resultierenden Vollester bzw. das Esteramid in an sich bekannter Weise mit Alkylierungsmitteln quaterniert.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man aliphatische Dicarbonsäuren mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen einsetzt.
  4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man aliphatische Hydroxydi- bzw. Hydroxytricarbonsäuren mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen einsetzt.
  5. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als aliphatische Hydroxytricarbonsäure Citronensäure einsetzt.
  6. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man aromatische Di- bzw. Tricarbonsäuren mit 8 bis 9 Kohlenstoffatomen einsetzt.
  7. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man Fettalkohole mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen einsetzt.

...

8. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man als Alkanolamin Triethanolamin und/oder einen Triethanolaminmono- bzw. -difettsäureester einsetzt.
9. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man als Polyamin, Ethylendiamin oder Diethylentriamin einsetzt.
10. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die primäre Veresterung und die sekundäre Veresterung bzw. Amidierung in Gegenwart saurer Katalysatoren durchführt.
11. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkylierungsmittel einsetzt, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Alkylhalogeniden, Dialkylsulfaten, Dialkylphosphaten, Dialkylcarbonaten sowie Halogenverbonsäuren und deren Salzen.
12. Verwendung von Tensiden mit quartären Stickstoffgruppen nach Anspruch 1 zur Herstellung von Wasch-, Spül- und Reinigungsmitteln.
13. Verwendung von Tensiden mit quartären Stickstoffgruppen nach Anspruch 1 zur Herstellung von kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP 96/01826

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C07C219/06 C07C219/14 C07C235/10 C11D1/62 A61K7/50

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C07C C11D A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 296 (C-0874) & JP,A,03 163049 (JAPAN CARLIT COMP. LTF) see abstract	1-11
A	EP,A,0 507 003 (REW0) 7 October 1992 cited in the application	

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 October 1996

Date of mailing of the international search report

16.10.96

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Pauwels, G

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP 96/01826

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-507003	07-10-92	DE-A- 4110663	08-10-92
		CA-A- 2064483	04-10-92
		US-A- 5344642	06-09-94
		US-A- 5246695	21-09-93
		US-A- 5254271	19-10-93
-----			

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internation Aktenzeichen

PCT/EP 96/01826

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> IPK 6 C07C219/06 C07C219/14 C07C235/10 C11D1/62 A61K7/50		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK		
<b>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</b> Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 6 C07C C11D A61K		
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 296 (C-0874) & JP,A,03 163049 (JAPAN CARLIT COMP. LTF) siehe Zusammenfassung ---	1-11
A	EP,A,0 507 003 (REW0) 7.Oktober 1992 in der Anmeldung erwähnt -----	
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen		
<input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 7.Oktober 1996		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts 16.10.96
Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Pauwels, G



# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internation Aktenzeichen  
PCT/EP 96/01826

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A-507003	07-10-92	DE-A- 4110663	08-10-92
		CA-A- 2064483	04-10-92
		US-A- 5344642	06-09-94
		US-A- 5246695	21-09-93
		US-A- 5254271	19-10-93
-----			